

\*Page 1

(11)Publication number: 53-110909

(43)Date of publication of application: 28.09.1978

(51)Int. Cl.: C21D 1/76

(21)Application number: 52-026264

(71)Applicant: ORIENTAL ENG KK

(22)Date of filing: 10.03.1977

(72)Inventor: KABASAWA HITOSHI, KOBAYASHI KUNIO

(54)FURNACE ENVIRONMENT CONTROL METHOD

## 2. Claims

(1) Furnace environment control method for heat treating metals in an environment within a furnace is characterized in that;

a step for reducing a pressure in the furnace less than an atmospheric pressure,

a step for introducing a neutral gas, reducing gas or a liquid generating the neutral or reducing gas (one of which is properly selected) into the furnace to raise said pressure in the furnace up to the atmospheric pressure or so,

a step for detecting the amount of oxygen left in the furnace by an oxygen analyzing device, and

a step for setting said amount of oxygen in the furnace by introducing a reducing gas, oxidizing gas, or a liquid generating the reducing or oxidizing gas into the furnace according to said detected amount of oxygen and by properly making the gas react with the oxygen in the furnace.

(2) Furnace environment control method claimed in claim 1 wherein a nitrogen gas or hydrocarbon gas is applied as the neutral gas, a hydrogen gas is applied as the reducing gas, and an organic liquid selected from a sort of alcohol, a sort of ketone, or a sort of ester is the liquid generating the reducing gas.

(3) Furnace environment control method claimed in claim 1 wherein an air is the oxidizing gas, and water is the liquid generating the oxidizing gas.

(4) Furnace environment control method claimed in claim 1 wherein an oxygen concentration cell is applied to the oxygen analyzing device.

⑨日本国特許庁  
公開特許公報

⑪特許出願公開  
昭53—110909

⑤Int. Cl.<sup>2</sup>  
C 21 D 1/76

識別記号

⑥日本分類 庁内整理番号  
10 A 710.1 7217—42

④公開 昭和53年(1978)9月28日

発明の数 1  
審査請求 有

(全 6 頁)

④炉気制御方法

埼玉県北葛飾郡吉川町吉川団地  
4番5号202

⑪特 願 昭52—26264

⑪出 願 人 オリエンタル・エンジニアリン  
グ株式会社

⑫出 願 昭52(1977)3月10日

⑬発 明 者 梶澤均

東京都荒川区西日暮里二丁目33  
番23号

大宮市大字植田谷本137番地の

1 加茂川団地15号棟401号室

⑭代 理 人 弁理士 森哲也 外1名

同 小林邦夫

明 細 書

1 発明の名称

炉気制御方法

2 特許請求の範囲

- (1) 金属の昇熱気熱処理において、先ず炉内を大気圧より低い圧力に減圧する工程と、その後該炉内圧力が大気圧かその前後の圧力になるまで中性ガス、還元性ガス、中性あるいは還元性のガスを生じる液体を適宜選択して炉内に導入する工程と、酸素分析装置によつて炉内に残存する酸素の量を検知する工程と、該酸素量によつて、還元性のガスあるいは還元性のガスを生じる液体あるいは酸化性のガスまたは酸化性のガスを生じる液体を炉内に導入して炉内残存酸素と適宜反応せしめて該酸素量を規定する工程とで成る炉気制御方法。
- (2) 中性ガスに窒素ガスあるいは炭化水素ガスを、還元性ガスに水素ガスを各適用し、還元性ガスを生じる液体をアルコール類、ケトン類、エステル類から選択される有機液体とする特許請求の範囲第1項記載の炉気制御方法。

- (3) 酸化性ガスを空気とし、酸化性ガスを生じる液体を水とする特許請求の範囲第1項記載の炉気制御方法。

- (4) 酸素分析装置に酸素濃度電池を適用した特許請求の範囲第1項記載の炉気制御方法。

4 発明の詳細な説明

この発明は、炉気制御方法に関し、特に、金属の昇熱気熱処理において、炉内に残存する酸素の量を酸素分析装置を用いて検知し、この検知量を制御信号として昇熱気調整用のガス又は該ガスを生じる液体を制御導入して炉内の酸素と反応せしめ残存酸素の量を規定し炉内の昇熱気を調整する。

従来、金属の被処理品の昇熱気熱処理においては、該金属被処理品（以下単に被処理品という）に酸化、脱炭、浸炭等の反応を生じさせない様に処理するために、炉内中に多量の窒素ガスを導入しながら炉内中の酸化性ガスを希釈排出することにより酸化性ガスを窒素で置換した。この窒素ガスの炉内導入は、熱処理が終るまで

その炉外排出を伴なつて続けられた。従つてこの方法は、炉内中の酸化性ガスを窒素ガスで置換するのに多くの時間と多量の窒素ガスを消費する欠点があることを認めなければならない。また一般的に窒素ガス中にも少量の水分が含有されており、この水分のため該被処理品は、酸化または脱炭を受けてしまうことがあつた。これでは、被処理品に酸化、脱炭、浸炭を生じさせないという処理目的に適合しない。

この問題に対処できる他の熱処理方法は、設備価格の高価な真空熱処理炉を用いる方法以外にはない。然し乍ら、一般的には経済的な理由で、不本意ではあるが前述した如き不完全な方法を用いざるを得なかつた。

この他にも、 $C_3H_8$  の如き炭化水素ガスまたはアルコールの有機溶剤を窒素ガスに添加する方法や、被処理品に油を塗布し酸化雰囲気（大気）中または窒素雰囲気中で加熱処理する方法等がある。

いずれの方法においても、酸化、脱炭、浸炭の反応を被処理品に生じさせない雰囲気であるかど

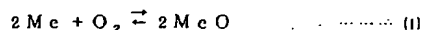
特開昭53-110909 (2)  
うかを検出する適当な方法がないため、経験的に熱処理を行なっているのが現状であり、やはり不完全な方法であるに変わりはない。

この発明は、炉気制御のかかる諸問題を解決するものである。即ちこの発明の目的は、駆逐できずに炉内に残存する酸素を感知し、この量によつて雰囲気調整用ガスまたは同ガスを生じる液体を制御導入し、以つて熱処理中に窒素ガスを送入排出し続けるが如き経済的な不利を除去するにあり、またこの発明の目的は、炉気制御を短時間にしかも正確に行なうことにあり、更にこの発明の目的は、酸化も脱炭も浸炭も生じさせない熱処理を行なうことにある。

而してこの発明は、金属の雰囲気熱処理において、先ず炉1内を大気圧より低い圧力に減圧する工程と、その後該炉内圧力が大気圧かその前後の圧力になるまで中性ガス、還元性ガス、中性あるいは還元性のガスを生じる液体を適宜選択して炉1内に導入する工程と、酸素分析装置2によつて、炉1内に残存する酸素の量を検知する工程と、該

酸素量によつて、還元性のガスまたは還元性のガスを生じる液体あるいは酸化性のガスまたは酸化性のガスを生じる液体を炉1内に導入して炉内残存酸素と適宜反応せしめて該酸素量を規定する工程とで成る炉気制御方法に係る。

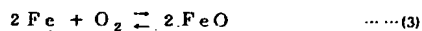
一般に金属の酸化還元反応は次式で表わされる



このときの標準生成自由エネルギー $\Delta G^\circ$ はRをガス定数、Tを絶対温度、Kpを平衡定数、酸素分圧を $P_{O_2}$ で表わせば

$$\Delta G^\circ = -RT \ln Kp = RT \ln P_{O_2} \quad \dots\dots(2)$$

となり、各種金属の $\Delta G^\circ$ が判れば平衡酸素分圧 $P_{O_2}$ を知ることができる。また逆に、雰囲気中の $P_{O_2}$ が測定できればその雰囲気が各種金属にとつて酸化性であるか、還元性であるかの判定基準になると考えられる。例えば温度T°Kの酸化鉄FeOの場合は

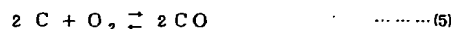


$$\Delta G_T^\circ = -124100 + 299T \quad \dots\dots(4)$$

であり、この反応で $\Delta G^\circ < RT \ln P_{O_2}$ の場合には

平衡酸素分圧よりも雰囲気中に酸素が多く含まれており、Feが酸化され、逆に $\Delta G^\circ > RT \ln P_{O_2}$ の場合には平衡酸素分圧よりも雰囲気中に酸素が少なくFeOは還元される。

また、炭素の場合には



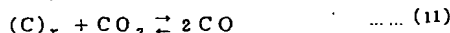
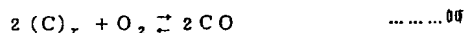
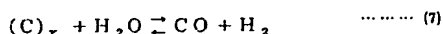
$$\Delta G_T^\circ = -53400 - 419T \quad \dots\dots(6)$$

であり、銅について考えれば、この反応で $\Delta G^\circ < RT \ln P_{O_2}$ の場合には銅中の炭素は脱炭され、また $\Delta G^\circ > RT \ln P_{O_2}$ の場合には、脱炭は見られず、場合によつては浸炭されることもある。

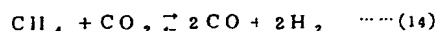
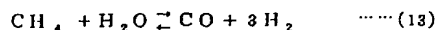
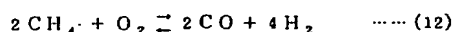
ところで700℃以上においては、炭素の方が鉄よりも酸素との親和力が大きいので脱炭は起るが、酸化は起らないという領域が存在する。従つて脱炭も起さずに被処理品を熱処理するには、酸化、浸炭を防止する場合以上にきびしい雰囲気調整が必要となる。

ここで、炉内に存在し多々問題となる酸化性ガスによる脱炭反応の例を示せば、（但し $(C)_\gamma$ は鋼中の炭素を示す。）次の通りである。

特開 昭53-110909 (3)

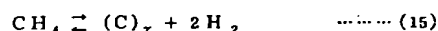


これに還元性のガスとして  $CH_4$  を添加する場合の効果を示せば、



であり、酸化性ガスを還元性ガスに変化させる。

しかし、還元性ガスである  $CH_4$  の添加が少ない場合には、酸化性ガスが炉内に残り、反対に多過ぎると低温では煤が発生し、被処理品が鋼の場合は、高温では次に示す (15) 式の反応により浸炭作用を受ける。



以上の様に、被処理品に対して、酸化、脱炭、浸炭の作用を起さない雰囲気にすることは非常に微妙で難しい技術であるが、前記した反応式より

$H_2 + CH_4$  等の一連の炭化水素あるいはアルコール類、 $N_2 + H_2 + CH_4$  等の一連の炭化水素あるいはアルコール類である。

次に炉内中に残存する酸素の量により還元性のガスあるいは還元性のガスを生じる液体または酸化性ガス例えば空気あるいは酸化性ガスを生じる液体例えば水を炉内に導入するように、酸素分析装置例えば酸素濃度電池を酸素量検出器とする装置を用いて、所望の雰囲気に手動または自動的に調整する。

更に本発明による実施の一例につき第1図を用いて具体的に述べれば、1は、被熱処理品を処理する雰囲気熱処理炉で、その内部に該雰囲気熱処理炉1の炉内を加熱する為の発熱体3を有し、その内側内部に耐熱鋼性の下部を閉じた円筒状で上部が開口した真空容器4を有し、該真空容器4内に被処理品5が載置される。そして該真空容器4の上部開口部には酸素量検出器2及び該炉内の雰囲気を攪拌する攪拌装置6が着脱自在に該真空容器の蓋を兼ねて載置されて真空容器の一部を構成

炉内中の雰囲気中即ち炉気中に微量にある酸素の量を測定し、その量を制御すれば酸化、脱炭、浸炭反応を該処理品に起さずに熱処理できることが明らかである。そして、炉内中に存在する空気を真空排気装置で減圧し取り去れば残存する酸化性ガスがより少なくなることに本発明者は着目した。

次に、酸素分析装置を用いて炉内中の雰囲気を調整する本発明方法について詳述する。

金属の雰囲気熱処理において、該金属の被処理品を処理する炉の炉内を真空排気装置により大気圧より低い圧力に減圧し、その後該炉内の圧が大気圧前後の圧力になるまで中性あるいは還元性のガス例えば窒素ガスあるいは  $CH_4$ 、 $C_2H_6$  等の炭化水素ガスあるいは水素ガス、あるいは中性あるいは還元性のガスを生じる液例えばアルコール、ケトン、エステル等の有機液体を炉内に導入する。この導入ガスあるいは有機液体は次の如き態様又は組み合わせで用いられる。即ち  $N_2$ 、 $H_2$ 、 $N_2 + H_2$ 、 $N_2 + CH_4$  等一連の炭化水素あるいはアルコール、

している。そして該真空容器4とそれぞれバルブ7、8、9、10を介して真空排気装置11、酸化性ガス供給装置であるコンプレッサー12、還元性ガス供給源であるプロパンガスボンベ13及び中性ガスである窒素ガスボンベ14とが配管連絡されている装置である。該被処理品を合金工具鋼であるSKD-61の材質で製作されたアルミダイキャスト用金型を熱処理する場合について述べれば、該雰囲気熱処理炉1の炉内温度が約150℃以下の状態で、該真空容器4内に被処理品5を載置し、その後炉蓋を兼ねた攪拌装置6を該真空容器4の上部開口部に載置し、該バルブ7を開き該真空排気装置11により炉内圧力を0.1 torrに減圧し、その後該バルブ7を閉め、バルブ10を開き該炉内の圧力が760 torrになるまで炉内に窒素ガスを導入し、その後該バルブ10を閉め、該バルブ9を開けて先に導入した窒素ガスの約2倍のプロパンガスを導入し、該バルブ9をしめ、その後該炉の炉温を該被処理品5の中間保持温度である850℃まで昇温し、その温度で2時間保

持した。その後処理温度を $1030^{\circ}\text{C}$ まで昇温し1時間保持して、該被処理品5を該真空容器4内に収置したまま該雰囲気熱処理炉1から上方に抜き出し、図示していない冷却装置に入れ、該真空容器4の外部より冷却して該被処理品5を該攪拌装置6で急速に炉気冷却した。金属顕微鏡で倍率400倍で検鏡したところ該被処理品5を酸化、脱炭、浸炭もなしに光輝状態で処理ができた。ここで炉内温度が $1030^{\circ}\text{C}$ になつてから1時間保持している間、炉内に挿入された酸素濃淡電池による酸素分析装置で酸素分圧 $10^{-18}\text{ atm}$ の値になる様に、バルブ8, 9により手動操作した。そして炉内圧力は800 torr以上になつた場合図示されていないリリーフ弁により常に炉内圧力800 torr以上にならない様に処理を行つた。

かかる方法によれば、真空中で加熱する真空熱処理炉と異なり、大気圧前後の圧力下で攪拌装置で炉内を攪拌するため、対流伝熱の効果が輻射伝熱に加わつて、被処理品は、均一に速く加熱され、また真空容器内に被処理品を設置して処理するの

装置2の出力を受けて比較し調節する為の調節信号を出力する調節アンプ16とを有している。調節アンプ16は、第1図において7, 8, 9, 10で示す弁に相当する電磁弁19に電氣的に接続し、更に電磁弁19は、炉1に接続される。炉1は、前述の如く酸素分析装置2を介して調節計17に電氣的に接続されている。また、炉内の圧力を大気圧より低い圧力に減圧して、酸化性雰囲気を除却する効果は、圧力が低ければ低いほど効果が上り、大気圧より低い圧力範囲で高ければ高くなるほど効果が低下するものであるが、該酸化性雰囲気を除却する効果と経済性との見地から特に $0.1 \sim 50\text{ torr}$ 程度に減圧するのが良好である。しかしそれ以外の圧力でも大気圧より低い圧力に減圧して実施することも本発明の有効な実施態様である。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の酸素分析による炉気制御方法を説明する一の実施例を示す説明図、第2図は本発明の炉気制御を自動的に実施する場合を説明するブロック図である。

特開昭53-110909(4)

で、非常に気密性が高く、酸化性のガス等を真空容器内に不本意に吸入されることなく、酸素分析装置によつて酸化、脱炭、浸炭等の反応を被処理品に起すことなく、多量の窒素ガスを消費することなく、非常に経済的に、理想的に処理できる。

また、炉内の減圧最高圧力を、本発明の効果を充分発揮できる $0.1\text{ torr}$ 程度とすることができ、真空排気装置の容量も小さく簡単なロータリーポンプで良く、かつ装置全体が簡単のため真空熱処理炉と同等の熱処理品質で装置の製作費が真空熱処理炉の $1/2$ 以下であるという経済的效果も認められる。

また、前述した実施の一例の説明では、酸素分圧の計測値を見て、手動で炉気制御する例について述べたが、自動的に炉気制御する方法についてもその1例を自動炉気制御を説明する。第2図に示すブロック図の方法で実施できる。第2図について説明すれば、調節計17は、制御する酸素量の値を設定する設定部15と、炉内の酸素量を分析しその結果を電気信号として出力する酸素分析

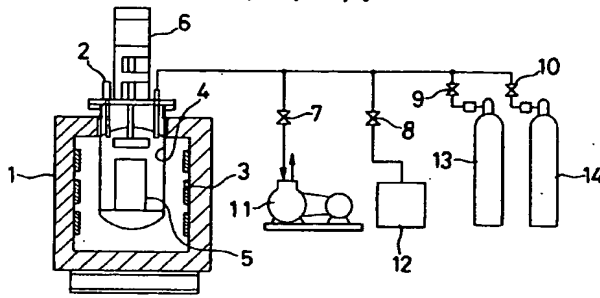
図中1は炉、2は酸素分析装置である。

特許出願人 オリエンタル エンジニアリング株式会社

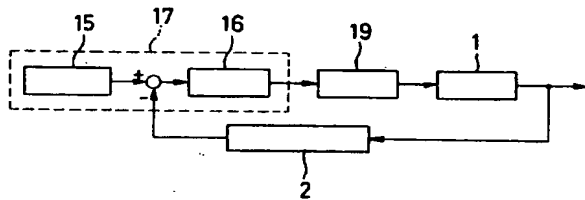
代理人 弁理士 森 哲 也

弁理士 内 藤 嘉 昭

第 1 図



第 2 図



8 補正の内容

- (1) 明細書の特許請求の範囲を別紙のとおり訂正する。
- (2) 同第 1 頁第 1 4 行目「リリース弁」を「リリース弁」と訂正する。
- (3) 同第 1 2 頁下から第 5 行目「説明する。」を「説明する第 2 図に」と訂正する。

特許請求の範囲

- (1) 金属の雰囲気熱処理において、先ず炉内を大気圧より低い圧力に減圧する工程と、その後該炉内圧力が大気圧かその前後の圧力になるまで中性ガス、還元性ガス、中性あるいは還元性のガスを生じる液体を適宜選択して炉内に導入する工程と、酸素分析装置によつて炉内に残存する酸素の量を検知する工程と、該酸素量によつて、還元性のガスあるいは還元性のガスを生じる液体あるいは酸化性のガスまたは酸化性のガスを生じる液体を炉内に導入して炉内残存酸素と適宜反応せしめて該酸素量を規定する工程とで成る炉気制御方法。
- (2) 中性ガスに酸素ガスを、還元性ガスに水素ガスあるいは炭化水素ガスを各適用し、還元性ガスを生じる液体をアルコール類、ケトン類、エステル類から選択される有機液体とする特許請求の範囲第 1 項記載の炉気制御方法。
- (3) 酸化性ガスを空気とし、酸化性ガスを生じる液体を水とする特許請求の範囲第 1 項記載の炉気

特開 昭 53-110909 (5)

手 続 補 正 書 (自 発)

昭和 52 年 10 月 20 日

特許庁長官 片 山 石 郎 殿

1. 事件の表示  
昭和 52 年 特 許 願 第 2 6 2 6 4 号
2. 発明の名称  
炉気制御方法
3. 補正をする者  
事件との関係 特 許 出 願 人  
住 所  
氏 名 オリエンタル エンジニアリング株式会社
4. 代 理 人  
〒108 電話 03 (454) 8 4 2 1 (代表)  
住 所 東京都港区三田 1 丁目 4 番 28 号  
日 栄 特 許 事 務 所  
氏 名 (6698) 弁 理 士 森 哲 也 (他 1 名)
5. 補正命令の日付 昭和 年 月 日 (発送日)
6. 補正により増加する明の数
7. 補 正 の 対 象

明細書の特許請求の範囲の欄及び

発明の詳細な説明の欄

BEST AVAILABLE COPY

制御方法。

- (4) 酸素分析装置に酸素濃淡電池を適用した特許  
請求の範囲第1項記載の炉気制御方法。

BEST AVAILABLE COPY